

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant:

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

234  
344

ROYAUME DE BELGIQUE 748453

10-1970

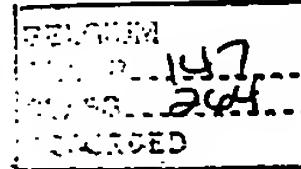
N°  
748.453



Classification Internationale :  
D01f-D01d  
Brevet mis en lecture le :  
- 5. 10. 1970

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

## BREVET D'INVENTION



Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 26 mai 1891 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le protocole verbal dressé le 3 avril 1970 à 15 h

au Service de la propriété industrielle;

### ARRETE:

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: BADISCHE AARLIM- & SODA-FABRIK  
AG-LEGGESCHART,  
Ludwigshafen am Rhein (Allemagne),  
repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Procédé de fabrication de fils de polypropylène,

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet déposée en Allemagne (République Fédérale) le 5 avril 1969, n° P 19 17 648.8.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exhaustivité de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeureront joints un des deux ou plusieurs spécimens de l'invention (mémento descriptif et éventuellement dessins) signés par l'inventeur et déposés à l'appel de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 5 octobre 1970

PAR SÉLÉCTION SPÉCIALE :

Le Secrétaire Général

J. HAMELS

OZ 26120  
B 53131  
cd

DESCRIPTION

jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par la société dite:

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

ayant pour objet : Procédé de fabrication de fils de polypropylène.

---

Qualification proposée : BREVET D'INVENTION

Priorité d'une demande de brevet déposée en République Fédérale allemande le 5 avril 1959 sous le n° P 19 17 648.8.

La présence d'acrylonitrile dans les deux polymères indique la formation de filaments polymériques. Il est donc nécessaire d'ajouter 100 mg de 2,6-nitrobenzaldehyde ou de 2,6-nitrobenzoïde de méthyle à la réaction de 0,400575 g de 0,05 mol de la vitrine et 0,105 g de la propionate de 1 : 3 pour éliminer les substances solubles dans l'eau. Les deux substances solubles dans l'eau, 0,05, et 0,105 g de la vitrine et de la propionate de 1 : 3, sont dissoutes dans 100 ml d'eau et 100 ml de 2,6-nitrobenzaldehyde ou de 2,6-nitrobenzoïde de méthyle.

La présente invention a pour but d'indiquer les procédés du jeu de  
20 ci-dessous permettant d'éviter les difficultés de transformation qui se  
possèdent pris cet insecticide ou qui le possèdent, et un léger nettoyage  
soindre.

On a découvert qu'on pouvait minimiser ce phénomène en employant comme polypropylène un mélange déterminé de deux polypropylènes de solubilités très différentes, mais dont la viscosité intrinsèque et la répartition des masses moléculaires sont voisines.

La présente invention a donc pour objet un procédé de fabrication de fils de polypropylène d'une section comprise entre 0,000125 et 0,005 mm<sup>2</sup>, dans lequel on refcale du polypropylène à une température massique de 180°-360°C en fils primaires d'une section comprise entre 0,000375 et 0,05 mm<sup>2</sup>, et on étire axialement ces fils primaires en longueur dans une proportion de 1 : 3 jusqu'à 1 : 15 (de préférence 1 : 4 jusqu'à 1 : 11) à une température superficielle supérieure à 10°C, mais inférieure au point de fusion des cristallites du polypropylène employé.

35 Le procédé de l'invention est caractérisé par l'emploi comme polypropylène d'un mélange de :

a) 70 à 80 parties en poiss d'un polypropylène dont moins de 1% en poiss se dissout dans 19 fois son poiss de toluène bouillant à la pression atmosphérique, et

40 b) 20 à 30 parties en poids d'un polypropylène dont plus de 95% en poids se dissolvent dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique,

avec les conditions suivantes : I. les deux fractions partées en polypropylène A et de B) ont l'une à 100; II. les polypropylènes a) et b) ont à peu près la même viscosité intrinsèque et à peu près la même masse moléculaire; les masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel); III. les deux fractions de la viscosité intrinsèque  $[η]$ , mesurées dans la méthanol à 130°C, sont comprises entre 1 et 10, la préférence étant 1,2 et 3,8.

L'expression "à peu près la même" signifie ici qu'aucune des deux masses n'est inférieure de plus de 25% à la moyenne de ces deux masses.

Ce procédé permet de déterminer des fois d'un profil quelconque, et spécialement aux conditions banales de mélange de ces deux masses.

Le polypropylène à employer dans le procédé de l'invention est obtenu à obturier en partant de la matière bien connue : 1<sup>o</sup> dans la polymérisation du propylène par le procédé Ziegler-Natta (dans le catalyseur, par exemple), il se forme un polypropylène contenant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant, la viscosité intrinsèque de la fraction soluble étant nettement plus basse que celle de la fraction insoluble; 2<sup>o</sup> dans cette polymérisation, on peut faire varier les conditions de réaction (emploi de régulateurs de masse moléculaire, modifications de la température et de la pression, changement de catalyseur) de manière à éléver ou à abaisser les viscosités intrinsèques des deux fractions.

Dans la pratique, on peut donc préparer séparément un polypropylène A à viscosité intrinsèque relativement élevée et un polypropylène B à viscosité intrinsèque relativement basse, de telle façon que la fraction soluble dans le toluène bouillant du polypropylène A ait à peu près la même viscosité intrinsèque que la fraction insoluble dans le toluène bouillant du polypropylène B. Si les deux polypropylènes ont été préparés dans des conditions aussi voisines que possible, la répartition des masses moléculaires est généralement la même ou à peu près la même. En mélangeant ces deux dernières fractions (par exemple dans une bouteille ou un calorateur) dans les proportions voulues, on obtient le polypropylène à employer dans le procédé de l'invention. Il va de soi que le procédé de l'invention ne porte pas sur la manière dont le polypropylène a été obtenu, mais seulement sur les propriétés qu'il doit avoir.

Le procédé de l'invention peut être mis en œuvre d'une manière connue, avec les appareils et les opérations usuels, qui ne seront donc pas décrits ici.

Le polypropylène employé dans l'exemple qui suit a été préparé comme suit :

On part de :

A. un polypropylène ordinaire en poussière fine, à niant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant. Les viscosités intrinsèques (mesurées dans la décaline à 130°C) sont de 2,6 pour la fraction insoluble et 1,7 pour la fraction soluble;

B. un autre polypropylène ordinaire en poussière fine, contenant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant. Les viscosités intrinsèques (mesurées dans la décaline à 130°C) sont de 1,6 pour la fraction insoluble et 0,8 pour la fraction soluble.

Par extraction au toluène bouillant, on isole la fraction soluble du polypropylène A et la fraction insoluble du polypropylène B. La répartition des masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel) est presque la même pour ces deux fractions. On les mélange intimement dans le rapport 25/75 en poids dans une bouteilleuse à 220°C. Les cristallites du polypropylène ainsi obtenu fondent vers 160°C.

EXEMPLE.-

A partir du polypropylène ci-dessus, on prépare des fils primaires d'une section de 0,0122 mm<sup>2</sup> par refoulement à 230°C, et on étire ces fils axialement en longueur dans la proportion 1 : 6 avec une température superficielle de 150°C.

On obtient des fils d'une section de 0,00187 mm<sup>2</sup> (ce qui correspond à 15 deniers). Ces fils résistent mieux aux variations brutales de charge mécanique que les fils obtenus de la même manière à partir des 2 polypropylènes ordinaires.

74/10/10

- REVISÉ ET CORRIGÉ -

Procédé de fabrication de fils de polypropylène d'une section comprise entre 0,00125 mm<sup>2</sup> et 0,001 mm<sup>2</sup>, par refoulement d'un polypropylène à 180°-360°C en fil de première section de 0,000375 mm<sup>2</sup> à 0,05 mm<sup>2</sup> et étirage de ces fils axialement en longueur dans une proportion de 1 : 3 jusqu'à 1 : 15 à une température superficielle supérieure à 10°C, mais inférieure au point de fusion. Les cristallinités du polypropylène employé, caractérisé par l'emploi comme polypropylène d'un mélange de :

a) 70 à 80 parties en poids d'un polypropylène dont moins de 1% en poids est soluble dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique, et

b) 20 à 30 parties en poids d'un polypropylène dont plus de 99% en poids sont soluble dans 19 ~~et plus~~ fois de toluène bouillant à la pression atmosphérique,

avec les conditions suivantes : I. la somme des parties en poids de a) et de b) est égale à 100; II. les polypropylènes a) et b) ont à peu près la même viscosité intrinsèque et à peu près la même répartition des masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel); III. les valeurs absolues de la viscosité intrinsèque  $[\eta]$ , mesurées dans la dilution à 130°C, sont comprises entre 1 et 10.

Revisé et corrigé - 3/4/1970

D. Baudin - Ondine  
L. Sode - Talind  
D. H. Engerlechaff

